

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-019839

(43)Date of publication of application : 01.02.1984

(51)Int.Cl.

G01N 21/25
G01N 31/08

(21)Application number : 57-129010

(71)Applicant : FUNAKUBO HIROYASU

(22)Date of filing : 26.07.1982

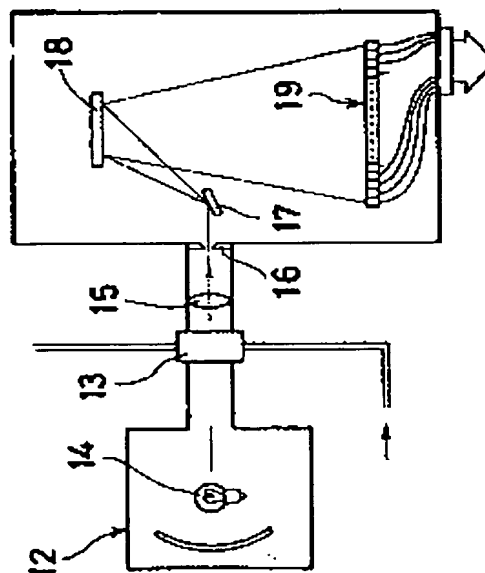
(72)Inventor : FUNAKUBO HIROYASU
DOI TAKESUMI
TAKAI SHINJI
SAKUMA ICHIRO

(54) TREATMENT OF DETECTED COMPONENT IN LIQUID CHROMATOGRAPHY

(57)Abstract:

PURPOSE: To eliminate the need for verification of a measured wavelength and to find accurate data by deciding synthetically information of each wavelength, by passing an isolated liquid of a sample separated by liquid chromatography through a multiwavelength detector and moreover, performing various kinds of processing of signals from a data compiling device by an electric processing apparatus and fixing simply plural components contained in the sample.

CONSTITUTION: Light from a light source 14 placed in a multiwavelength detector 12, is passed through a cell 13 which is passed through an isolated liquid from a column and the light passed through the cell 13 is condensed and then, is passed through a slit 16 and moreover, is irradiated to a grading 18 by a mirror 17. The irradiating light is separated into its spectral components by the grading. Further, spectrally diffracted light is made incident to photosemiconductors 19... placed at the position divided equally a liquid length domain of a specified range and is converted into an electric current in proportion to the intensity of incidence light by each photosemiconductor. Each column is provided with the detector 12 and the photosemiconductor of each detector 12 is connected with a data compiling device. The data compiling device is provided with a preamplifying part amplifying an electric signal from the detector 12 and a digital information processing part.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

Searching PAJ

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)
⑫ 公開特許公報 (A)

⑩ 特許出願公開
昭59—19839

⑪ Int. Cl.³
G 01 N 21/25
31/08

識別記号
1 4 7

庁内整理番号
7458—2G
6514—2G

⑬ 公開 昭和59年(1984)2月1日
発明の数 1
審査請求 有

(全 4 頁)

⑭ 液体クロマトグラフィーにおける検出成分処理方法

⑮ 特 願 昭57—129010

⑯ 出 願 昭57(1982)7月26日

特許法第30条第1項適用 昭和57年4月15日
発行日本ME学会第21回日本ME学会大会論文集に発表

⑰ 発 明 者 舟久保熙康
東京都杉並区西荻北2—17—4

⑱ 発 明 者 土肥健純

東京都千代田区五番町12—7ド
ミール五番町1—066

⑲ 発 明 者 高井信治
東京都目黒区中根1—9—14

⑳ 発 明 者 佐久間一郎
昭島市玉川町3—14—13

㉑ 出 願 人 舟久保熙康
東京都杉並区西荻窪北2—17—4

㉒ 代 理 人 弁理士 福田信行 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

液体クロマトグラフィーにおける検出成分処理方法

2. 特許請求の範囲

液体クロマトグラフィーにより分離された試料の遊離液を多波長検出器に通し、多波長検出器では光源からの光を遊離液に吸収させてから分光し、分光した光を特定範囲の波長領域の複数の波長について電流に変換し、電流に変換された多波長検出器からの出力をデータ編集器により増幅したりA/D変換し、更にデータ編集器からの信号を電気的処理装置により各種処理を行って試料に含まれる複数成分を極めて簡単に同定するようにしたことを特徴とする液体クロマトグラフィーにおける検出成分処理方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は液体クロマトグラフィーにおいて分離された複数成分を電気的に処理し、各種のデ

ータとして供するようにしたことを特徴とする液体クロマトグラフィーにおける検出成分処理方法に関するものである。

周知のように液体クロマトグラフィーは吸着剤を縦長な管に均一に充填したカラムを固定相とし、複数の成分が混合した液体試料をカラムに流し込んで定性、定量分析、単離、精製などの試験を行う。

しかし従来の液体クロマトグラフィーでは検出器が固定単波長又は可変単波長のものであり、複数成分が混合した試料の分析においては各成分の吸収係数が異なるので、正確な定量分析や物質同定が困難である。また単波長検出のクロマトグラフィーにおいては演算機能を内部に有し、ピーク数、ピーク面積、高さ、リテンションタイム等をプリントアウトするものもあるが、各種のデータ解析はチャート紙に記録された数値やプリントアウトされた数値により計算するので、多波長のような大量情報による解析が困難である。

本発明は上記に鑑み提案されたもので、液体クロマトグラフィーで分離された試料を多波長検出器に供給し、多波長検出器では光源からの光を試料に吸収させ、その後分光した光を光半導体に入射し、処理して電流変換し、電流変換により発生する信号をデータ編集器で増幅して処理し、処理した信号を更に電氣的処理装置で解析したり記録するのである。したがって本発明によれば試料の複数成分を高精度に処理することができ、例えば人体から採取した尿、血液等の試料の複雑な含有成分を解明し、治療の一助とすることができる。

以下に本発明を図示の実施例により説明する。

第1図は本発明の方法を実施する概略系統図を示すもので、液体クロマトグラフィー本体1の内部に複数種類の溶離液2...を有し、いずれか1種又は2種以上の溶離液2を混合装置3で注出してポンプ4により流路5に供給する。流路5は途中で第1流路6と第2流路7とに分岐され、第1流路6には試料注入部8を介在させ

各カラム9, 10から流出する遊離液は多波長検出器12に通して排出する。この多波長検出器12は例えば第2図で示すようにカラムからの遊離液が通過するセル13に光源14からの光を通し、セル13を通過した光をレンズ15で集光してスリット16に通し、鏡17でグレーディング18に照射するもので、グレーディングは照射する光を分光する。そして分光された光は、特定範囲の波長領域を等分した位置に置かれた光半導体19...に入射し、各光半導体は入射光の強さに比例した電流に変換する。上記した多波長検出器12はカラム9, 10ごとにあり、各多波長検出器12の光半導体をデータ編集器20に接続する。このデータ編集器20は多波長検出器からの電氣信号を増幅するプリアンプ部及びデジタル情報処理部を有し、プリアンプ部では多波長検出器から送られる多波長信号を一定範囲内のレベルの信号とするためにゼロ調整とゲイン調整を行い、その信号をA/D変換部に送るものである。このゼロ調整とゲイン調整は、あらかじめ手動で又は

て分離カラム9に接続し、第2流路7はダミーカラム10にそのまま接続する。なお流路5の途中には圧力計11を臨ませ、流路5を流れる溶離液の状態を検出する。

したがって混合装置3で選択された1種又は2種以上の溶離液はポンプ4により第1流路6及び第2流路7を流れ、第1流路6では途中で試料注入部8から流入する試料と混合して分離カラム9に流入し、第2流路7ではそのままダミーカラム10に流入する。

各カラムは縦長な管に固定相として吸着剤を充填してなり、溶離液、即ち試料を導入した移動相を上端から流下させると、移動相の流下にしたがって試料分子はカラムに沿い移動するが、試料中の各種化合物が固定相と移動相との間どのように平衡分配されるかということに依存して異なる化合物は異なる速度でカラム中を移動する。この結果、試料の各成分が移動相の流れにしたがって移動すると、試料の各成分が分離して流れ出す。

電氣的処理装置からの指定によりセットすることが可能であるが、ダミーカラムから流出する遊離液を検出する多波長検出器からの信号によりベースラインを自動補正することもできる。

そして上記デジタル情報処理部では電氣的処理装置からの指定により多波長の全波長中、その指定した任意の多波長のみの信号を多波長検出器からの出力信号から選択したり、電氣的処理装置より指定した時間間隔で指定した波長の信号を取り込んでA/D変換を行い、その情報を電氣的処理装置に供給したり、又、一回の測定当りのA/D変換の回数を電氣的処理装置により指定した回数行い、その結果を積算したり、平均化したりすることにより測定精度を高くすることができる。

上記したデータ編集器20からの信号を入力とする電氣的処理装置21は各カラムにおけるサンプリングレート、測定時間、波長指定、1サンプリングタイムにおけるサンプリング回数、スペクトロ解析を行うことの有無などを指定し、

ける液体クロマトグラフィーパターンを作成することができる。

このように電気的処理装置ではデータ編集器をスタートさせて多波長検出器からの信号を取り込み、信号に基づく各種情報を内部で処理してプログラムによりフロッピーディスクに記録する。そしてフロッピーディスクに記録された情報は電気的処理装置のプログラムにより取り出され、多量の処理を行う。

そして特に本発明によれば液体クロマトグラフィーにおける遊離液を多波長検出器により複数の波長領域に分けて個々の波長における情報を得ることができるので、測定波長の検射が不要となるばかりでなく、分離条件が最適でなくても各波長の情報を総合的に判定することで正確なデータを求めることができる。したがって血液、尿など多くの成分を含む試料であつても極めて簡単に各種成分を同定することができ、例えば医学界において治療の促進を図ることができる。

同時にサンプル名、溶剤組成、カラム充填剤名などや、データ編集器からの信号をフロッピーディスクに書き込んで記録する。また電気的処理装置2はフロッピーディスクに記録された情報をプリンタに出力して3次元の液体クロマトグラフィーパターンを打ち出したり、フロッピーディスクの情報からピーク数、各ピーク面積、高さ、リテンションタイム等を計算してプリントアウトしたり、又はフロッピーディスクに記録した多数のサンプル情報からサンプル間の3次元液体クロマトグラフィーパターンを比較してその結果を出力することができる。更に電気的処理装置2はフロッピーディスクの情報から任意のリテンションタイムにおけるスペクトル解析を行つて成分を同定したり、多波長検出器からの情報をフロッピーディスクに記録する時、各ピークが最大値となつたときの全波長のデータをスペクトル分析用に表示、出力したり、フロッピーディスクの情報から指定波長中の任意の1つ以上、指定波長数以下の波長にお

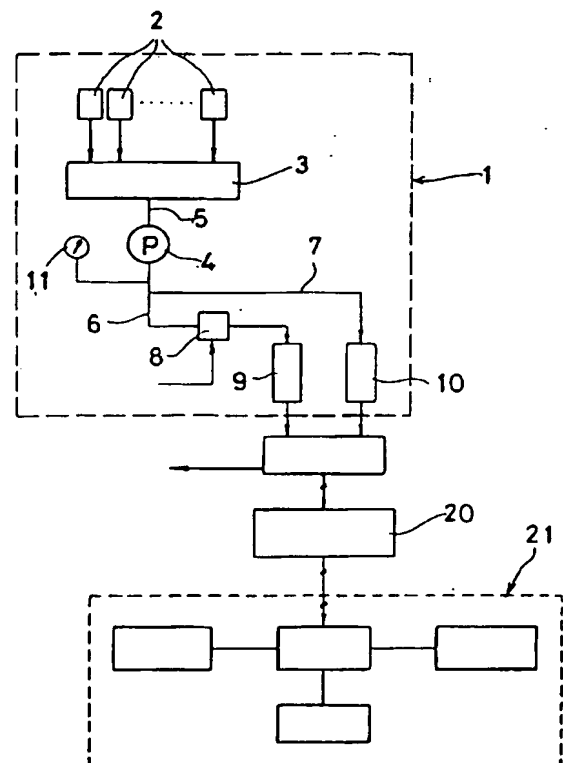
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法を実施する概略系統図。

第2図は多波長検出器の一例を示す概略図である。

特許出願人	舟久保 照 康
同 代理人	弁理士 福 田 信 行
同 代理人	弁理士 福 田 武 通
同 代理人	弁理士 福 田 賢 三

第1図



第 2 図

